

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 62-077406

(43)Date of publication of application : 09.04.1987

(51)Int.Cl.

B22F 9/24

(21)Application number : 60-215609

(71)Applicant : TANAKA KIKINZOKU KOGYO KK

(22)Date of filing : 28.09.1985

(72)Inventor : TAMEMASA HIROSHI

## (54) PRODUCTION OF FINE COPPER PARTICLE

## (57)Abstract:

PURPOSE: To produce singly dispersed fine copper particles having a narrow particle size distribution by adding protective colloid to a reactive soln. when an aqueous copper sulfate soln. is reduced with hydrazine.

CONSTITUTION: Protective colloid such as gum arabic is added to a hydrazine soln. and stirred. An aqueous copper sulfate soln. is slowly added to the resulting soln. to produce a dark-brown precipitate consisting of fine copper particles. The copper particles are well washed with water by decantation. By this method, fine copper particles having a narrow particle size distribution are easily obtd.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭62-77406

⑪ Int. Cl.<sup>4</sup>

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 昭和62年(1987)4月9日

B 22 F 9/24

6554-4K

審査請求 未請求 発明の数 1 (全2頁)

⑭ 発明の名称 銅微粒子の製造方法

⑮ 特 願 昭60-215609

⑯ 出 願 昭60(1985)9月28日

⑰ 発 明 者 為 政 博 史 平塚市長瀬2丁目14番地 田中貴金属工業株式会社平塚第二工場内

⑱ 出 願 人 田中貴金属工業株式会社 東京都中央区日本橋茅場町2丁目6番6号 社

#### 明 細 書

##### 1. 発明の名称

銅微粒子の製造方法

##### 2. 特許請求の範囲

還元剤としてヒドラジンをを用いて硫酸銅水溶液を還元して銅微粒子を製造する方法において、反応溶液中に保護コロイドを添加することによって単分散した銅微粒子を得ることを特徴とする銅微粒子の製造方法。

##### 3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は微細な銅微粒子の製造方法に関するものである。

(従来技術とその問題点)

従来、銅微粒子の製造方法としては、還元剤としてヒドラジンをを用いて硫酸銅水溶液を還元する方法が用いられてきた。ところが、この方法では析出した微粒子同士が引き寄せ合って凝集した粒度分布の幅の広い銅粒子しか得られないという欠点を有していた。

##### (発明の目的)

本発明は上記の欠点を解消せんがためになされたものであり、分散した粒度分布の幅の狭い微細な銅粒子の製造方法を提供せんとするものである。

##### (発明の構成)

本発明は還元剤としてヒドラジンをを用いて硫酸銅水溶液を還元して銅微粒子を製造する方法において、反応溶液中に保護コロイドを添加することによって単分散した銅微粒子を得ることを特徴とするものである。

而して本発明の製造方法において、反応溶液中に保護コロイドを添加する理由は、硫酸銅水溶液を還元することによって水溶液中に析出した銅微粒子が凝集しないで単分散状態を保つようにするためである。

本発明において反応液中に添加する保護コロイドとしては、ゼラチン、アラビアゴム、アルブミン、プロタルビン酸、リサルビン酸等である。

ここで本発明の実施例について説明する。

(実施例1)

ヒドラジンヒドラート ( $\text{N}_2\text{H}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ) 100 mℓ に保護コロイドアラビアゴム (1 g / 100 mℓ) を30 mℓ 添加して、ビーカー中で攪拌しながら30℃に保っておく。また、別のビーカーで硫酸銅 ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) 100 g を水1,000 mℓ 溶解し硫酸銅水溶液とし、これを先のヒドラジン+アラビアゴム溶液中に徐々に添加すると暗褐色の沈殿物が生成する。得られた銅微粒子はデカンテーションにより十分に水で洗浄して、粒度分布測定及び電子顕微鏡観察を行った。その結果この銅微粒子は平均粒径 1.5  $\mu\text{m}$  で粒度分布は図のように幅の狭いもので、形状はほぼ球形で分散したものであった。

#### (実施例2)

塩酸ヒドラジン ( $\text{N}_2\text{H}_4 \cdot 2\text{HCl}$ ) 500 mℓ に保護コロイドゼラチン (1 g / 100 mℓ) を200 mℓ 添加してビーカー中で攪拌しながら30℃に保っておく。また別のビーカーで硫酸銅 ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) 500 g を水5,000 mℓ に溶解し硫酸銅水溶液とし、これを先のヒドラジン+ゼ

ラチン溶液中に徐々に添加すると暗褐色の沈殿物が生成する。得られた銅微粒子はデカンテーションにより十分に水で洗浄して、粒度分布測定及び電子顕微鏡観察を行った。その結果この銅微粒子は平均粒径 2.1  $\mu\text{m}$  で粒度分布は図のように幅の狭いもので、形状はほぼ球形で分散したものであった。

#### (従来例)

ヒドラジンヒドラート ( $\text{N}_2\text{H}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ) 100 mℓ をビーカー中で攪拌しながら30℃に保っておく。また別のビーカーで硫酸銅 ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) 100 g を水1,000 mℓ に溶解し硫酸銅水溶液とし、これを先のヒドラジン溶液中に徐々に添加すると暗褐色の沈殿物が生成する。得られた銅微粒子はデカンテーションにより十分に水で洗浄して、粒度分布測定及び電子顕微鏡観察を行った。その結果この銅粒子は平均粒径 9.2  $\mu\text{m}$  で粒度分布は図のように幅の広い凝集したものであった。

#### (発明の効果)

上記の説明で明らかなように本発明の製造方法は、還元剤としてヒドラジンをを用いて硫酸銅水溶液を還元して銅微粒子を製造する方法において、反応溶液中に保護コロイドを添加することにより、従来法では得られなかった単分散した、粒度分布の狭い微細な銅粒子を製造できるので、従来の製造法にとって代わることのできる画期的なものである。

#### 4. 図面の簡単な説明

図は光透過式粒度分布測定装置を用いて各銅微粒子の粒度分布を測定した結果を横軸に粒径、縦軸に累積パーセントを取って示したものである。

出願人 田中貴金属工業株式会社

